

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-058475

(43)Date of publication of application : 06.03.1989

(51)Int.Cl.

B24B 37/00
C09K 3/14

(21)Application number : 62-212277

(71)Applicant : RODEELE NITTA KK

(22)Date of filing : 25.08.1987

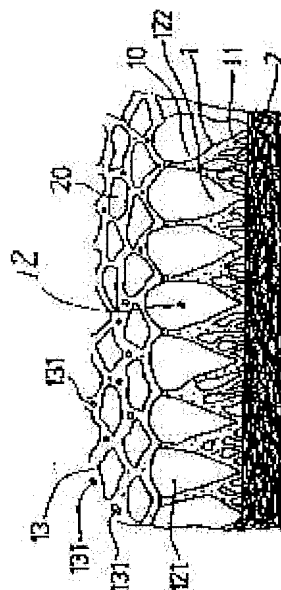
(72)Inventor : MAAKU HOFUSUTAIN
SHINAGAWA TAKEHISA

(54) GRINDING PAD

(57)Abstract:

PURPOSE: To facilitate cleaning of chips and a used slurry by providing continuous macropores having maximum openings on a grinding surface.

CONSTITUTION: A microporous sheet 1 laminated on a base material 2 is a porous body consisting of a macropore-layer 10 and a skin layer 11. The diameter of opening parts 121 of macropores 12 in the macropore-layer 10 mostly range from 50W200 μ m, and the depth of the macropore is intended to be at least 1.5 times the diameter of the opening part 121. The diameter of the opening part 121 gradually becomes larger from the bottom part 122 toward the upper part of the opening part 121. Further, a macropore partition 13 of the microporous sheet 1 has macropores 131, and the average diameter of the macropores 131 does not exceed a tenth, preferably one-hundredths of the average diameter of the macropores 12.



訂正有り

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-58475

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月6日

B 24 B 37/00
C 09 K 3/14

C-7712-3C
X-6683-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 研磨パッド

⑯ 特 願 昭62-212277

⑰ 出 願 昭62(1987)8月25日

⑱ 発 明 者 マーク ホフスタイン アメリカ合衆国 デラウェア, 19711 ネットワーク, プロスペクト アベニュー 28

⑲ 発 明 者 品 川 武 久 大阪府堺市大美野91番地

⑳ 出 願 人 ロデール・ニツタ株式会社 大阪府大阪市東区本町2丁目55番地1

㉑ 代 理 人 弁理士 山本 秀策

明 細 書

1. 発明の名称

研磨パッド

2. 特許請求の範囲

1. ポリウレタンを主体とする高分子材料の微孔質シートからなる研磨用表面を有し、該研磨用表面の大部分にマクロポアが開口した研磨パッドであって、

該マクロポアの開口部の大部分が50～200 μ mの直径を有し、該マクロポアの深さが該開口部の直径の少なくとも1.5倍であり、そして該マクロポアの直径が底部から表面開口部に向かって徐々に大きくなっている研磨パッド。

2. 溶媒-非溶媒系の凝固浴処理によって前記微孔質シートを第1の基材上に形成したパッドに対し、該微孔質シート表面に第2の基材を積層接着した後、該微孔質シートを反転して、該第1の基材、および該微孔質シートの多孔質ベース層を除去して得られる特許請求の範囲第1項に記載の研磨パッド。

3. 前記微孔質シートのマクロポアを相互に隔てる壁体がマイクロポアを含み、該マイクロポアの平均ポア直径が、前記マクロポアの平均ポア直径の10分の1を越えない特許請求の範囲第1項または第2項に記載の研磨パッド。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、半導体用ウェーハ、金属サンプル、メモリーディスク表面、光学部品レンズ、ウェーハ用マスクなどの研削、ラッピング、形作り、および研磨に用いられる研磨パッドに関する。

(従来の技術)

近年、集積回路や磁気基板において、極小化および高密度化が要求されている。それにより、集積回路基板(例えば、シリコンウェーハ)の表面特性や、磁気基板(例えば、アルミニウムメモリーディスク)の表面仕上がりに対して要求される特性が、ますます厳しくなっている。最高に精度の高い表面を得るために、現状の技術(一般的には研磨として述べられる工程)では、通常、

機械的な砥粒と化学試薬とを組み合わせで構成されるスラリーが用いられる。このスラリーは、一般的には、多孔質の研磨パッドにより、被加工物の表面から拭い去られる。この研磨パッドは、所望の拭い取り作業を行うのに十分な強度を有し、かつスラリーを保持するのに十分な多孔性を有する必要がある。このような研磨パッドの材料は、多孔質体として知られる一群の材料から選択される。この多孔質体は、多数の気泡を有するシート状の材料である。この材料は、通常、基材にウレタンベースを含浸する工程またはコーティングする工程により、得られる。

研磨パッドに用いられる最も代表的な材料の多くは、米国特許第 3,284,274号に記述の材料に類似している。

これら研磨パッド用の多孔質体は、ほとんどの他の多孔質体とはやや異なり、多孔質体の表面において、大きなマクロポア、および分岐した多数の小さなポアを有する。このマクロポアがスラリーを保持する作用をする。このようなスラリーの

保持により、研磨プロセスにおいて研磨効果が促進されることが考えられる。それゆえ、これら研磨パッド材料では、研磨プロセスにおいて、最大量のスラリーが被加工物に運搬されるように、マクロポアの容積の大きい多孔質体を用いるのが好ましい。

従来の研磨パッドは、ポリウレタンベースの溶液を基材に含浸またはコーティングした後、溶媒-非溶媒系の凝固浴で凝固させて得られる。しかし、従来の研磨パッドは、この凝固工程の原理に基づいて、開口部から内部にいくにしたがって、多孔質体のポアおよび気泡の直径が増大する傾向にある。このことは、多孔質体の研磨用表面でのマクロポアの直径が、同じマクロポアの下部における直径に比べて、相対的に小さいことを意味する。多孔質体の内部では大きなマクロポアでも、表面では比較的小さな開口部しか有しない。このような多孔質体の形状は、花びんやエルレンマイヤーフラスコ（これらは、大きな容積でありながら、小さな開口部を有している）と類似している。

このように、マクロポアの容積は大きいものの、開口部が小さい多孔質体からなる従来の研磨パッド材料は、好ましくない副次効果を生じる。第1には、マクロポアの開口部が小さいと、研磨パッドの寿命が短くなる。これは、マクロポアの表面の開口部が小さいために、下部のマクロポアに満たされた削り屑や使用済スラリーを洗い流して新しいスラリーで置換することが容易でないからである。特に、削り屑はマクロポアの中に満たされ、そのために、スラリーを運ぶというマクロポアの機能が最終的に失われてしまう。第2には、研磨用表面の表面積に占める多孔質体壁の割合が大きいため、研磨プロセスにおいて、拭い取り摩擦力が高くなる。そのために、被加工物の表面に新しいスラリーが供給されにくくなり、研磨効果が低下する。第3には、多孔質体のマクロポアの開口部が比較的小さいために、マクロポアからスラリーを洗い出し、新鮮な水と置換するのに長時間を要する。最終的には、研磨サイクルの末期において、洗浄が困難となり、研磨プロセスの終了に時

間がかかる。被加工物を純水で洗浄することは、研磨プロセスにおいては、一般的な最終工程である。しかし、この多孔質体によれば、この洗浄工程でも、被加工物は依然として研磨環境に置かれている。

このような問題点を解決するために、上記のような凝固工程を用いる方法に代えて、伝統的なフォーム作製技術により、気泡構造を形成して、多孔質体を作製することが考えられた。しかしこの方法では、発泡剤を入れたポリウレタンベースを基材に含浸またはコーティングした後、発泡させて多孔質体を得られる。この多孔質体は独立気泡構造を有している。しかし、気泡の形状は本質的に楕円形である。このようなフォームからスキン層を削り取ると、表面に気泡が充満した研磨パッドが作製される。この研磨パッドの表面は、前述の先行技術による研磨パッドの表面と見かけ上類似している。しかし、このフォームタイプの研磨パッドでは、気泡の立体構造のために、十分な研磨性能が得られない。この研磨パッドのフォーム

構造では、気泡は、構造全体にランダムに分散した“あわ”となっている。それゆえ、このフォームからスキン層を除去すると、“あわ”が切断され、その断面の任意の点で開口する。ある“あわ”は、表層部にてけずり取られ、他のものはその中間部でけずり取られ、さらに別の“あわ”は、その底部に近いところでけずり取られる。中点より上部で切断された気泡では、開口部の直径は、下部の気泡の直径より小さくなる。従って、この気泡は、上記従来の研磨パッドのマクロポアと同形状となるため、洗浄が困難となる。他方、中間部またはそれより下部で切断された気泡は、深さが直径より小さくなり、十分な量のスラリーを保持し得ない。いずれにしても、このフォームタイプの研磨パッドは、研磨面が、2つの好ましくない気泡形状のいずれかを多く混在したものとなる。
(発明が解決しようとする問題点)

本発明は、上記従来の問題点を解決するものであり、その目的は、削り屑や使用済みスラリーの洗浄が容易になされ得る研磨パッドを提供するこ

とにある。本発明の他の目的は、十分な量のスラリーを保持し得る研磨パッドを提供することにある。本発明のさらに他の目的は、研磨性能に優れた研磨パッドを提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明の研磨パッドは、ポリウレタンを主体とする高分子材料の微孔質シートからなる研磨用表面を有し、該研磨用表面の大部分にマクロポアが開口した研磨パッドであって、

該マクロポアの開口部の大部分が50～200 μ mの直径を有し、該マクロポアの深さが該開口部の直径の少なくとも1.5倍であり、そして該マクロポアの直径が底部から表面開口部に向かって徐々に大きくなっており、そのことにより上記目的が達成される。

上記研磨パッドのマクロポア隔壁はマイクロポアを含み、このマイクロポアの平均ポア直径は、上記マクロポアの平均ポア直径の10分の1を越えない。

本発明の研磨パッドは、例えば、第1図および

第2図に示すように、微孔質シート1が、基材2上に積層されてなる。この微孔質シート1は、多孔質体であり、マクロポア層10とスキン層11とから構成される。この微孔質シート1は、マクロポア12を有する。このマクロポア12の開口部121の直径 d は、大部分が50～200 μ mである。このマクロポア12の深さ h は、マクロポア12の開口部121の直径 d の少なくとも1.5倍とされる。このマクロポア12の開口部121の直径 d は、底部122から開口部121に向かって徐々に大きくなっている。この微孔質シート1のマクロポア隔壁13は、マイクロポア131を含んでいる。このマイクロポア131の平均ポア直径は、マクロポア12の平均ポア直径の10分の1、好ましくは100分の1を越えない。

第3図および第4図に、従来の研磨パッドの断面図を示す。この研磨パッドは、微孔質シート3が、基材4の上に形成、積層されている。この微孔質シート3は、本発明の研磨パッドと同様に、多孔質体である。この微孔質シート3は、マクロポア層30および多孔質ベース層34から構成される。

スキン層は、研磨目的のためマクロポア部を開口させるために削り取り或いは潰き取ってある。この研磨パッドでも、微孔質シート3は、マクロポア32を有する。しかし、このマクロポア32の開口部321の直径 d' は、底部322の直径に比べて、非常に小さくなっている。しかも、本発明の研磨パッドとは逆に、このマクロポア32の直径は、底部322から開口部321に向かって、徐々に小さくなっている。

本発明の研磨パッドは、溶媒-非溶媒系の凝固浴処理によって前記微孔質シートを第1の基材上に形成したパッドに対し、該微孔質シート表面に第2の基材を積層接着した後、該微孔質シートを反転して、該第1の基材、および該微孔質シートの多孔質ベース層を除去して得られる。

本発明の研磨パッドの製造工程を、第5図～第8図に基づいて説明する。

本発明の研磨パッドは、従来の多孔質体の製造技術を利用する。従来の溶媒-非溶媒系の凝固浴処理によって、第5図に示すような、第1の基材

6に微孔質シート5が積層された研磨パッドを形成する。この研磨パッドのスキン層51を除去すれば、第3図に示す従来の研磨パッドが構成される。しかし、本発明の研磨パッドを作製するには、第5図のスキン層51を除去せずに、或いは、必要に応じて極めて軽度バフ掛けを行い、このスキン層51上に第2の基材7を接着して、第6図に示すような材料を形成する。次いで、第6図に示す材料を反転して、第1の基材6を除去すれば、この材料は、第7図に示すような外観を呈する。最後に、第7図の材料から多孔質ベース層54を除去して、下部のマクロポア52を露出させ開口する。この独特の構築方法により、その表面におけるマクロポア52の開口が最大になるような研磨パッド材料が得られる。

(実施例)

以下に本発明を実施例について述べる。

実施例1

ポリウレタン溶液を、まず以下のように作製した：分子量1000のポリテトラメチレンエーテルグ

リコール1000部に87部のTDIを混合し、90℃で3時間加熱して、末端OHダイマーを生成させた。このダイマー1087部と、MDI 250部とを混合し、80℃で1時間加熱して末端イソシアネートダイマーを得た。このダイマーの全量を5348部のDMFに溶解した。生成した溶液に対し、32部の水和ヒドラジンを300部のDMFに溶解した2番目の溶液を添加した。添加の間、溶液を攪拌し続け、次いで40℃で30分間保持した。得られたポリウレタン溶液は、粘度が約120ポイズ、固形分含量が約20%である。762部のポリ塩化ビニルを6171部のDMFに添加し、279部のカーボンブラックを練り込み、生成した液体を7017部の上記ポリウレタン溶液に添加することにより、10.5%のポリウレタン、5.7%のポリ塩化ビニル、および2%のカーボンブラックからなるポリマー溶液を作製した。この実施例では、塩化ビニルとしては、高分子量PVCホモポリマーが使用される。

適正な気泡構造を形成するには、塩化ビニルは、DMF中の水分に対して、ウレタンよりも低い許容

値を有することが重要である。ここで用いるウレタン溶液は、代表的には、DMFの水分レベルが3.5%に達したとき、室温で沈殿しはじめる。ここで用いるビニル溶液は、水分のレベルが2.5%に達したとき沈殿する。この1%の差が、前述した適正な気泡構造を形成するのに重要である。

平方メートル当たり200グラムの目付けのポリエステル繊維の0.7mm厚の不織布が、製造基材として選ばれた。上述のように作製したポリマー溶液を、ナイフコーターを用いて、この基材上に1.5mm厚で塗布した。ポリマー溶液が塗布された基材を、ポリマーが完全に凝固するまで、室温にて水浴に浸漬した。次いで、この浸漬物を洗浄して、全量のDMFを除去した後、スチームドラムで乾燥した。それにより、基材上に微孔質シートを有する研磨パッドが得られた。この微孔質シートは、乾燥により、約0.6mmの厚さに収縮した。

得られた研磨パッドは、例えば、第5図に示すように、基材6上に微孔質シート5を有していた。この微孔質シート5は、0.4mmから0.5mm厚のマ

クロポア層50、および0.08~0.18mm厚のマイクロポラスなスキン層51を有していた。さらに、この微孔質シート5には、多孔質ベース層54がある。この微孔質シート5は、多孔質体であり、ハチの巣と非常によく似た垂直配向の気泡層であった。ただし、この微孔質シート5は、ハチの巣とは異なり、マクロポア52が、花びん、またはエルレンマイヤーフラスコに似た形状を呈していた。微孔質シート5の断面を調べることにより、表面から0.13mm~0.5mm下層の領域において、視野を表面から層の中の方へ深く移動させていくにつれ、小さく分岐した気泡が減少し、各々のマクロポアの平均直径が増大することがわかった。

上記基材と同じ材質の第2の基材7を、液状ウレタン接着剤を用いて、この研磨パッドのスキン層51上に接着した。接着剤が硬化した後、生成物を反転し、バフingマシンの研磨シリンダーの下を過して、第1の基材6および多孔質ベース層54を除去した。この操作は、第1の基材6を除去するのに十分な深さにバフし、発泡部分の全直径

が露出するように行った。微孔質シート5のマクロポア52が、ハチの巣状のエレンマイヤーフラスコ形状（今は逆形状である）であることから、基材6のみでなく、底部の多孔質ベース層54をも削り取るように、十分深くバフされる。

得られた研磨パッドを、従来の発泡多孔質体と比較するべく、テストした。比較のための従来の研磨パッドは、微孔質シートが乾燥される時点まで、上記と同様の方法により作製した。この研磨パッドのスキン層をバフによって除去し、下部の気泡を露出させた。スキン層の除去とは、0.35mmの最終厚さの多孔質層を残し、約0.2mmのスキン層を除去することを意味する。スキン層が除去された従来の研磨パッドの断面は、予想どおり、直立配向した一群のエレンマイヤーフラスコに類似の形状の気泡構造を示した。

本発明の研磨パッドと従来の研磨パッドとの比較ポリッシングテストから、従来の研磨パッドは、研磨効率を維持するために、本発明の研磨パッドの2～3倍も頻繁にドレッシングする必要のある

多孔質フィルムは、マイラーから剥がすのに十分な強さを有していた。この多孔質フィルムをマイラーから剥離した。次いで、多孔質フィルムを、織物工業で通常使用されるテンターフレーム洗浄装置を用いて洗浄した。DMFと水との置換を遅らせる基材がないため、洗浄は実施例1よりもずっと容易に進行した。この洗浄後、この多孔質フィルムを、125℃にて蒸気加熱乾燥ドラム上で乾燥した。

次いで、得られた多孔質フィルムの表面を、実施例1と同様の方法により、ポリエステル不織布に積層した。この積層後、フィルムの上面の多孔質ベース層（製造中は基部になっていた表面）をバフにより除去し、下部の気泡を露出させて研磨パッドを作製した。この実施例のバフ操作は、実施例1の操作より容易であった。除去すべき基材が存在せず、多孔質ベース層だけを除去すればよいからである。

この実施例で得られた研磨パッドを、実施例1と同様の方法によりポリッシングテストにかけた

ことが示された。また、従来の研磨パッドの摩擦係数は、本発明の研磨パッドの摩擦係数より約20%高かった。しかし、研磨パッドの寿命について、本発明の研磨パッドと従来の研磨パッドとは、著しい違いが認められた。研磨パッドの寿命は、ドレッシングによってもパッドに有効な作用を保持させ得なくなった時点で、終りと考える。一連のテストにおいて、本発明の研磨パッドは、従来の研磨パッドに比べて、3倍も長い寿命を有することがわかった。

実施例2

この実施例では、除去した基材は再使用可能である。

実施例1と同様の方法により、ポリマー溶液を調製した。ナイフロールコーターを用いて、このポリマー溶液を、ポリエステル連続シート（マイラー）上に1.5mm厚でコーティングした。次いで、このコーティングしたフィルムを実施例1と同じ凝固浴に通過させてポリマーを凝固させ、約65%のDMFを抽出し水と置換した。この時点で、

ところ、実施例1の研磨パッドと同程度の性能を示した。

（発明の効果）

本発明の研磨パッドは、このように、研磨表面において最大の開孔を有する連続的なマクロポアを含むため、削り屑や使用済みスラリーの洗浄が容易になされ得る。しかも、この研磨パッドは、十分な量のスラリーを保持し得る。従って、本発明の研磨パッドは、研磨性能に優れている。

4. 図面の簡単な説明

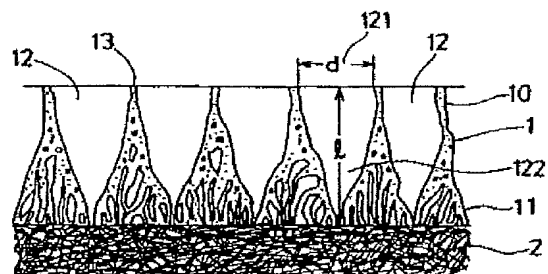
第1図は、本発明の研磨パッドの一実施例を示す断面正面図；第2図は、第1図の研磨パッドの斜視図；第3図は、従来の研磨パッドの一実施例を示す断面正面図；第4図は、第3図の研磨パッドの微孔質シートの拡大図；第5図は、溶媒-非溶媒系の凝固浴による凝固工程によって生成されたままの状態の本発明研磨パッドの断面正面図；第6図は、第5図の研磨パッドのスキン層に第2の基材を接着した状態の断面正面図；第7図は、第6図の研磨パッドを反転した後、第1の基材を

除去して得られた研磨パッドの断面正面図；第8図は、第7図の研磨パッドの多孔質ベース層を除去して得られる本発明の研磨パッドを表す断面正面図である。

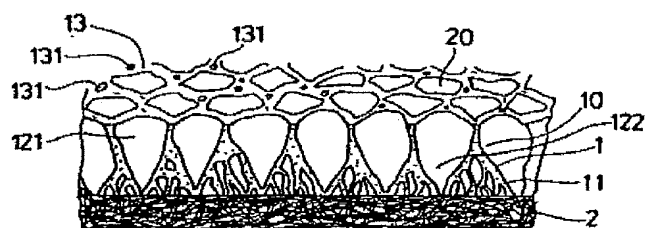
1, 3, 5…微孔質シート、2, 4, 6…基材、7…第2の基材、10, 30, 50…マクロポア層、11, 51…スキン層、12, 32, 52…マクロポア、13, 33, 53…マクロポア隔壁、34, 54…多孔質ベース層、121, 321, 521…開口部、122, 322, 522…底部、131, 531…マイクロポア。

以 上

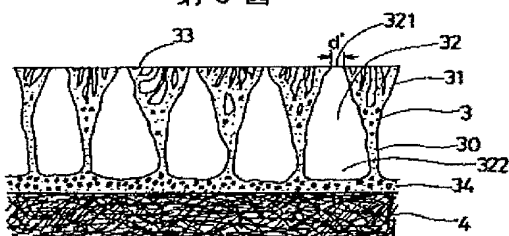
第 1 図



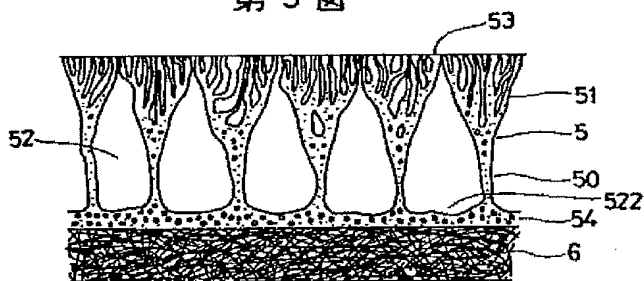
第 2 図



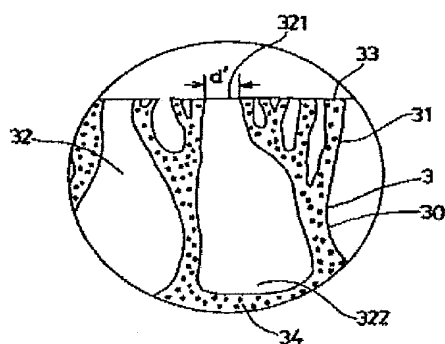
第 3 図



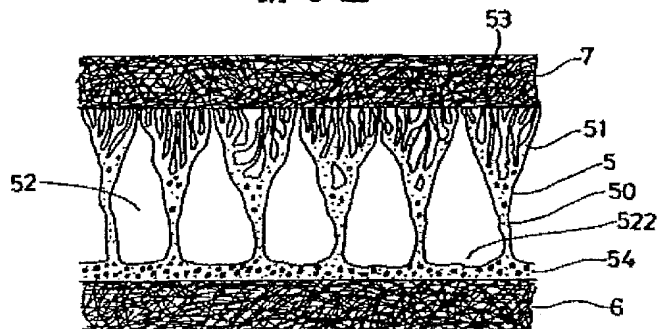
第 5 図



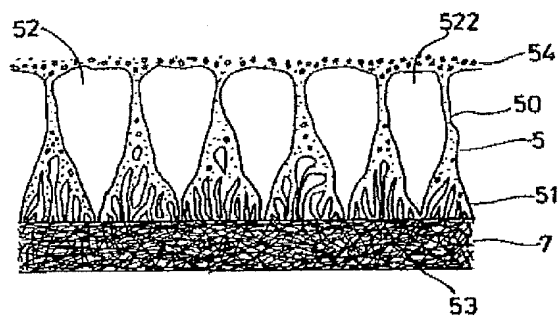
第 4 図



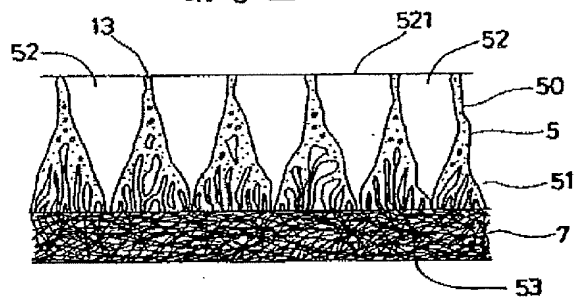
第 6 図



第 7 圖



第 8 圖



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第3区分

【発行日】平成6年(1994)7月19日

【公開番号】特開平1—58475

【公開日】平成1年(1989)3月6日

【年通号数】公開特許公報1—585

【出願番号】特願昭62—212277

【国際特許分類第5版】

B24B 37/00 C 7908-3C

C09K 3/14 X 7188-4H

手続補正書

平成5年12月1日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和62年特許願第212277号

2. 発明の名称

研磨パッド

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 大阪府大阪市中央区本町1丁目8番12号

名称 ロデール・ニッタ株式会社

4. 代理人

住所 〒540 大阪府大阪市中央区城見

一丁目2番27号 クリスタルタワー13階

氏名 (7828)弁理士 山本秀策

電話 (大阪) 06-979-3910

5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄および図面の簡単な説明の欄

6. 補正の内容

(1) 明細書第8頁16行目の「研磨パッドのマクロポア隔壁」を「微孔質シートのマクロポアを相互に隔てる壁体(マクロポア隔壁)」と補正する。

(2) 明細書第9頁4～5行目の「マクロポア12を有する。」を「マクロポア12、20を有する。」と補正する。

(3) 明細書第10頁1行目の「スキン層」を「スキン層31」と補正する。

(4) 明細書第10頁3行目～4行目の「マクロポア32を有する。」を「マクロポア32を有し、マクロポア32を相互に隔てる隔壁(マクロポア隔壁33)を有する。」と補正する。

(5) 明細書第11頁1行目～2行目の「研磨パッドを形成する。」の次に、「この研磨パッドは、マクロポア層50とスキン層51を有する。図中、53

はマクロポア52を相互に隔てるマクロポア隔壁であり、522はマクロポア底部である。」を挿入する。

(6) 明細書第11頁14行目の「開口が最大に」を「開口部521が最大に」と補正する。

(7) 明細書第19頁6～7行目の「11, 51…スキン層、12, 32, 52…マクロポア」を「11, 31, 51…スキン層、12, 20, 32, 52…マクロポア」と補正する。

(8) 明細書第19頁10行目の「131, 531…マイクロポア」を「131…マイクロポア」と補正する。

(9) 明細書第19頁10行目の「…マイクロポア」の次に、「 d , d' …マクロポア開口部の直径、 ϕ …マクロポアの深さ。」を追加する。